

MEMORIAL
Journal Officiel
du Grand-Duché de
Luxembourg



MEMORIAL
Amtsblatt
des Großherzogtums
Luxemburg

RECUEIL DE LEGISLATION

A — N° 12

4 mars 1970

S O M M A I R E

| | |
|---|-----------------|
| Règlement ministériel du 5 février 1970 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de miel et des produits similaires | page 292 |
| Règlement ministériel du 7 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée | 301 |
| Règlement ministériel du 13 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée | 303 |
| Règlement ministériel du 13 février 1970 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de cacao et de chocolat | 304 |
| Règlement grand-ducal du 19 février 1970 modifiant l'arrêté grand-ducal du 21 août 1866 portant règlement de procédure en matière de contentieux devant le Conseil d'Etat tel qu'il a été modifié dans la suite | 317 |
| Loi du 20 février 1970 autorisant la passation d'un bail emphytéotique pour une parcelle domaniale sise à Born | 317 |
| Loi du 20 février 1970 autorisant l'aliénation par voie d'échange d'une parcelle domaniale sise commune de Rodembourg | 318 |
| Règlement grand-ducal du 20 février 1970 portant exécution de l'art. 112 alinéa 2 de la loi concernant l'impôt sur le revenu (déductibilité des dons en espèces) | 318 |
| Réglementation des Tarifs Ferroviaires Nationaux et Internationaux | 319 |
| Règlements communaux | 319 |
| Règlements communaux. — Impôt foncier | 321 |

Règlement ministériel du 5 février 1970 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de miel et des produits similaires.

Le Ministre de la Santé Publique,

Vu l'article 6 du règlement grand-ducal du 12 mars 1966 concernant le miel et les produits similaires;
Vu la Recommandation du Conseil de Ministres Benelux M (68) 49 du 11 décembre 1968;
Vu l'avis de la Chambre de Commerce en date du 23 septembre 1969;

Après avoir demandé l'avis de l'organe faisant fonction de Chambre d'Agriculture;

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes;

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en oeuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes;

Arrête:

Art. 1^{er}. Les méthodes d'analyse fixées à l'annexe sont les seules méthodes de référence valables pour les produits visés par le règlement grand-ducal du 12 mars 1966 concernant le miel et les produits similaires.

Art. 2. Le présent règlement ainsi que l'annexe seront publiés au Mémorial.

Luxembourg, le 5 février 1970

Le Ministre de la Santé Publique,
Madeleine Frieden-Kinnen

ANNEXE

1. Préparation de l'échantillon

1.1. En vue de la détermination de l'indice diastasique et de la teneur en hydroxyméthylfurfural (H.M.F.), mélanger l'échantillon le mieux possible sans chauffage préalable et en prélever la quantité nécessaire à ces opérations.

1.2. Chauffer — à une température ne dépassant pas 50° C — le miel restant jusqu'à ce que sa consistance permette une homogénéisation. L'opération se fait en plongeant le récipient clos dans l'eau du bain-marie ou en le mettant dans une étuve.

Lorsque le récipient contenant le miel n'est pas en verre, transvaser tout son contenu dans un récipient en verre translucide fermant hermétiquement.

Après fusion et refroidissement, mélanger soigneusement le miel pour s'assurer que tout produit de condensation sur d'autres parties du récipient soit réincorporé.

1.3. Préparer une solution mère en dissolvant dans de l'eau distillée 50 g du miel préparé selon 1.2. et en complétant à 250 ml dans un ballon jaugé.

2. Teneur en résidu sec

Déterminer au pycnomètre la densité à 20° C de la solution mère préparée selon 1.3. Calculer le résidu sec (E) du miel en appliquant la formule suivante:

$$d \frac{20}{4} = d \frac{20}{20} \times 0,99823$$

$$E = 1302,7 \left(d \frac{20}{4} - 0,99823 \right)$$

3. Teneur en matières insolubles dans l'eau

Peser au centigramme près, une quantité appropriée de miel préparé selon 1.2., soit 20 g. Dissoudre le miel dans de l'eau distillée à 80° C, bien mélanger et filtrer dans un creuset en verre fritté G 3 préalablement séché et pesé. Laver soigneusement avec de l'eau chaude (80° C) jusqu'à élimination des sucres. Sécher le creuset pendant une heure à 100-103° C, laisser refroidir et peser à 0,1 mg près. Les résultats obtenus sont exprimés en pour-cent de poids de la substance sèche.

4. Teneur en cendres

Dans une capsule de platine ou de silice calcinée et tarée, peser de 5 à 10 g de miel préparé selon 1.2. Chauffer prudemment jusqu'à ce que l'échantillon devienne noir et sec et qu'il n'y ait plus de risque de perte. Ensuite, calciner dans un moufle à 600° C jusqu'à poids constant. Laisser refroidir et peser. Exprimer les résultats en pourcent de la substance sèche.

5. Acidité

Peser 10 g du miel préparé selon 1.2. et le dissoudre dans 75 ml d'eau distillée exempte de CO₂.

Titrer avec une solution de 0,1 n d'hydroxyde de sodium exempte de carbonates, en présence de 4 ou 5 gouttes de phénolphthaléine. Le virage final de la coloration doit persister pendant 10 secondes. Dans le cas des échantillons foncés, recourir à un pH-mètre et titrer jusqu'à pH 8.3.

Les résultats sont exprimés en ml d'acide normal pour 100 g de miel.

6. Dosage du saccharose vrai

Réactifs:

— *Solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium*: dissoudre 106 g K₄Fe(CN)₆.3 H₂O dans l'eau distillée et diluer jusqu'à un litre.

— *Solution d'acétate de zinc*: dissoudre 219,5 g de (CH₃COO)₂Zn.2H₂O dans de l'eau distillée, ajouter 30 g d'acide acétique et diluer à l'eau distillée jusqu'à un litre.

— Acide acétique à 20%

— Iodure de potassium

— Acide sulfurique 25% en poids

— Thiosulfate de sodium 0,1 n

— Empois d'amidon 1%

— *Réactif de Luff-Schoorl*: préparer les trois solutions suivantes:

a. 25 g de sulfate de cuivre (CuSO₄.5 H₂O) dans 100 ml d'eau:

b. 388 g de carbonate de sodium (Na₂CO₃.10 H₂O) dans 300 à 400 ml d'eau:

c. 50 g d'acide citrique (C₆H₈O₇.H₂O) dans 50 ml d'eau.

Verser prudemment la solution c. dans la solution b. refroidie et brasser jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement d'acide carbonique. Ajouter à ce mélange, tout en remuant, la solution a. Laisser refroidir, compléter à un litre et filtrer après 24 heures. La solution ainsi préparée accuse un pH d'environ 9,9.

Contrôler le réactif comme suit:

aa. A 25 ml de réactif ajouter 3 g d'iodure de potassium, dissous dans un peu d'eau, et 25 ml d'acide sulfurique 25% en poids. Titrer avec du thiosulfate de sodium 0,1 n. A la fin de la titration, ajouter un peu d'empois d'amidon. La quantité de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisée doit être de 25 ml.

bb. Dans un ballon jaugé de 100 ml, introduire 10 ml du réactif et porter au trait.

Dans un vase conique, mélanger 10 ml de ce réactif dilué et 25 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n chauffer une heure au bain-marie bouillant. Laisser refroidir, ramener au volume initial avec de l'eau et titrer par NaOH 0,1 n en présence de phénolphthaléine. La quantité de NaOH 0,1 n utilisée doit être de 5,5 à 6,5 ml.

cc. Titrer par HCl 0,1 n en présence de phénolphtaléine, 10 ml de réactif dilué suivant bb. La quantité de HCl 0,1 n utilisée doit être de 6 à 7,5 ml.

— *Solution d'invertase*: abandonner à l'autolyse 25 g de levure pressée de boulangerie fraîche en suspension dans 150 ml d'eau à 20° C environ; après 8 ou 15 jours, avant que le mélange ne devienne alcalin au tournesol, ajouter du talc et filtrer. Le filtrat est conservé sous toluène, à 4° C et à l'abri de la lumière.

6.1. Transférer 10 ml de la solution préparée selon 1.3 dans un ballon jaugé de 200 ml et compléter jusqu'au trait.

6.2. Introduire dans un ballon jaugé de 100 ml, 25 ml de la solution obtenue en 6.1 et 25 ml d'eau: ajouter 4 à 5 gouttes d'acide acétique à 20% et 2 ml de solution d'invertase. Agiter, boucher avec un tampon d'ouate et placer dans une étuve à 53-55° C pendant 2 à 3 h. Refroidir.

6.3. Ajouter à la solution obtenue en 6.2, 2 ml de la solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium et 2 ml de la solution d'acétate de zinc en remuant vivement après chaque addition. Compléter jusqu'au trait à l'aide d'eau distillée. Filtrer le liquide sur filtre sec et rejeter les premières portions du filtrat. Utiliser les fractions suivantes pour le dosage du sucre interverti selon la méthode de Luff-Schoorl décrite en 6.5.

6.4. Répéter les opérations décrites en 6.3. sur 25 ml de la solution obtenue en 6.1., additionnée de 25 ml d'eau. Effectuer sur les dernières fractions du filtrat le dosage du sucre interverti selon la méthode de Luff-Schoorl décrite en 6.5.

6.5. Pipeter 25 ml de réactif de Luff-Schoorl, 5 ml d'eau et 20 ml du filtrat obtenu en 6.3 ou 6.4 dans un vase conique de 300 ml. Ajouter quelques fragments de pierre ponce et munir le vase conique d'un réfrigérant à reflux. Placer le récipient sur un treillis métallique recouvert d'un carton d'amiante percé d'un trou de même diamètre que le fond du vase conique.

Porter le contenu du vase conique à ébullition en deux minutes et maintenir pendant exactement dix minutes en ébullition modérée.

Si toute la solution cuivrique est réduite, diminuer la quantité de solution obtenue selon 6.3 ou 6.4 et, après adjonction de 25 ml de réactif de Luff-Schoorl, ajouter de l'eau de façon que le volume atteigne 50 ml. (Le dosage donne les meilleurs résultats lorsque les 25 ml de solution contiennent entre 15 et 60 mg de sucre réducteur).

6.6. Refroidir rapidement jusqu'à 20° C. Ajouter 3 g d'iodure de potassium dissous dans un peu d'eau, puis ajouter prudemment, tout en agitant continuellement, 25 ml d'acide sulfurique.

Titrer immédiatement la solution par le thiosulfate de sodium 0,1 n en agitant continuellement. Vers la fin de la titration, ajouter 1 à 2 ml d'empois d'amidon.

6.7. Exécuter de la même manière un essai à blanc, en remplaçant la solution sucrée par 25 ml d'eau.

6.8. Calculer de la manière suivante la teneur en saccharose. Retrancher le nombre de ml de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisés pour le dosage, du nombre de ml de thiosulfate de sodium utilisés pour l'essai à blanc. Chercher à l'aide de la table de Luff-Schoorl la quantité de sucre interverti correspondant à la différence.

Soit m mg cette quantité dans la solution obtenue en 6.3.

et m' mg cette quantité dans la solution obtenue en 6.4.

La teneur du miel en saccharose, exprimée en g pour cent, est donnée par la formule

$$2(m - m') \times 0,95.$$

6.9.

TABLE SELON LUFF-SCHOORL

| 0,1 n Na ₂ S ₂ O ₃ ml | Glucose, fructose ou sucre interverti mg | Différence |
|--|--|------------|
| 1 | 2.4 | 2.4 |
| 2 | 4.8 | 2.4 |
| 3 | 7.2 | 2.5 |

| | | |
|----|------|-----|
| 4 | 9.7 | 2.5 |
| 5 | 12.2 | 2.5 |
| 6 | 14.7 | 2.5 |
| 7 | 17.2 | 2.6 |
| 8 | 19.8 | 2.6 |
| 9 | 22.4 | 2.6 |
| 10 | 25.0 | 2.6 |
| 11 | 27.6 | 2.7 |
| 12 | 30.3 | 2.7 |
| 13 | 33.0 | 2.7 |
| 14 | 35.7 | 2.8 |
| 15 | 38.5 | 2.8 |
| 16 | 41.3 | 2.9 |
| 17 | 44.2 | 2.9 |
| 18 | 47.1 | 2.9 |
| 19 | 50.0 | 3.0 |
| 20 | 53.0 | 3.0 |
| 21 | 56.0 | 3.1 |
| 22 | 59.1 | 3.1 |
| 23 | 62.2 | |

7. Recherche des édulcorants synthétiques

Liste des réactifs et produits accessoires

- solution saturée de sulfate de sodium
- sulfate de sodium anhydre
- acétate d'éthyle
- éthanol p.a. 96%
- éthanol-eau 1:1
- acide sulfurique 4 n
- Solutions d'édulcorants synthétiques:

solution de cyclamate: dissoudre 100 mg de cyclamate de soude dans 100 ml du mélange éthanol-eau

solution de dulcine: dissoudre 100 mg de dulcine dans 100 ml d'éthanol

solution de saccharine: dissoudre 100 mg de saccharine dans 100 ml d'éthanol.

Plaques pour chromatographie sur couche mince

Dans un mixer mélanger 9 g de cellulose acétylée à 10% (MN 300 Ac Macherey-Nagel & C^o) 6 g de poudre de polyamide pour chromatographie sur couche mince (Woelm ou équivalent) avec 60 ml d'éthanol jusqu'à suspension homogène. Étendre une couche de 0,25 mm sur des plaques pour chromatographie. Laisser sécher à l'air, puis 10 min. dans une étuve à 70° C. Refroidir les plaques dans un exsiccateur.

— Phase mobile: mélanger 45 vol. de Shell sol. A,*) 6 vol. de n-propanol, 7 vol. d'acide acétique et 2 vol. d'acide formique. A préparer extemporanément. Garnir l'intérieur de la cuvette avec du papier filtre pour favoriser la saturation de l'atmosphère.

— Révélateur: dissoudre 200 mg de dichlorofluorescéine dans 100 ml d'éthanol.

7.1. Isolement

7.1.1. Dissoudre 20 g de miel dans 40 ml de solution saturée de Na₂SO₄, y ajouter 10 ml de H₂SO₄ 4 n et 10 ml d'éthanol 96% et mélanger.

*) Le Shell sol. A, est un mélange d'hydrocarbure commercialisé par Shell.

7.1.2. Extraire à trois reprises, chaque fois par 25 ml d'acétate d'éthyle.

7.1.3. Réunir les extraits d'acétate d'éthyle, les sécher sur du Na_2SO_4 anhydre et évaporer jusqu'à 4 ml.

7.2. Identification

7.2.1. Déposer 3 μl de la solution obtenue, sur la ligne de départ d'une plaque pour chromatographie sur couche mince.

7.2.2. Déposer ensuite 2 μl des solutions de cyclamate, de dulcine et de saccharine sur la ligne de départ.

7.2.3. Eluer la plaque à l'aide de la phase mobile préparée extemporanément jusqu'à ce que la distance entre la ligne de départ et le front atteigne 10 cm.

7.2.4. Vaporiser le révélateur sur la plaque après évaporation de la phase mobile.

7.2.5. Examiner le chromatogramme ainsi obtenu à la lumière ultraviolette (254 nm).

8. Recherche des antiseptiques

Liste des réactifs

— Ether acidifié: 98 vol. éther + 2 vol. d'acide acétique glacial

— Sulfate de sodium anhydre

— Solutions témoins: 1% dans l'éthanol

— Plaques pour chromatographie en couche mince: mélanger 15 g de Kieselgel G et 15 g de Kieselgur G avec 60 ml d'une solution aqueuse à 0,02% d'Ultraporphor. La solution d'Ultraporphor W.T. (B.A.S.F.) doit être de préparation récente (conserver dans un flacon brun). Etaler le mélange homogène sur des plaques pour chromatographie sous une épaisseur de 0,25 mm. Sécher les plaques à l'air, puis les activer par chauffage de 30 min. à 110° C.

— Phase mobile: mélanger 100 vol. d'éther de pétrole, 40 vol. de chloroforme et 10 vol. d'acide formique.

— Cuve de chromatographie: saturée avec le solvant mobile.

Révélateurs

— Acide benzoïque:

a) 4,5 ml H_2O_2 (30%)

4,5 ml d'eau

1 ml solution saturée de Mn SO_4

b) solution 0,3% Fe SO_4

— Acide sorbique:

a) mélanger 5 vol. d'une solution aqueuse de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,5% + 5 vol. H_2SO_4 0,3 n

b) solution saturée d'acide thiobarbiturique dans l'eau.

— Acide salicylique: solution de FeCl_3 0,1% dans l'eau

— Acide déhydroacétique: solution de FeCl_3 0,1% dans l'eau

— Acide bromoacétique:

a) mélanger 3 vol. de solution de rouge de phénol (24 mg rouge de phénol dans 2,4 ml NaOH 0,1 n, compléter à 100 ml avec de l'acétone) et 1 vol. de solution d'acétate sodique (6 g d'acétate de sodium + 3 vol. d'acide acétique, compléter à 100 ml avec de l'eau).

b) solution de chloramine T: dissoudre 25 mg de chloramine T dans 15 ml d'un mélange d'acétone-eau 1 : 1.

— Acide parahydroxybenzoïque et ses esters: réactif de Millon. Dissoudre 10 g mercure dans 10 g acide nitrique fumant. Ajouter 10 à 20 vol. d'eau. Eventuellement, filtrer le dépôt.

8.1. Isolement

8.1.1. Agiter pendant 3 minutes, 50 ml de la solution préparée selon 1.3. avec 50 ml d'éther acidifié.

8.1.2. Laisser se séparer les couches et décantier la couche étherée sur filtre. Répéter l'extraction à l'aide de 30 puis de 20 ml d'éther acidifié.

8.1.3. Sécher les extraits étherés réunis sur du Na_2SO_4 anhydre. Filtrer. Evaporer jusqu'à 5 ml environ.

8.2. Identification

8.2.1. Sur la ligne de départ de la plaque chromatographique, déposer en traits de 1,5 cm de long 20 μl de la solution obtenue. Déposer de façon identique sur un même trait 10 μl de la solution d'acide benzoïque, 5 μl de la solution d'acide déhydroacétique et 3 μl des autres témoins.

8.2.2. Développer la plaque avec la phase mobile jusqu'à ce que le front de solvant atteigne 15 cm au-dessus de la ligne de départ. Retirer la plaque, laisser sécher à l'air. Développer une deuxième fois de la même manière.

8.2.3. Examiner la plaque sous lumière U.V. (366 nm). Localiser les spots.

8.2.4. Révélation des chromatogrammes

Acide benzoïque: vaporiser avec la solution a; sécher et vaporiser avec la solution b. L'acide benzoïque donne une tache brune sur fond blanc.

Acide sorbique: vaporiser avec le mélange $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4$, sécher la plaque à l'étuve, vaporiser la solution d'acide thiobarbiturique, chauffer à nouveau. L'acide sorbique donne une tache rose.

Acide salicylique: vaporiser avec la solution de chlorure ferrique. L'acide salicylique donne une coloration violette.

Acide déhydroacétique: vaporiser avec la solution de chlorure ferrique. L'acide déhydroacétique donne une coloration jaune sur fond blanc.

Acide monobromacétique: exposer la plaque 10 min. à des vapeurs d'ammoniaque: chauffer 10 min. à 100° C pour éliminer l'excès d'ammoniaque. Vaporiser le mélange rouge de phénol, acétate sodique puis directement la solution de chloramine T. L'acide monobromacétique donne une tache bleue sur fond jaune.

Acide p. hydroxybenzoïque et ses esters: vaporiser le réactif de Millon et chauffer à l'étuve. L'acide p. hydroxybenzoïque et ses esters donnent une tache rouge.

8.2.5. Remarques générales

1) Il est préférable de vaporiser les réactifs en très faible quantité. Si la réaction n'est pas suffisamment nette, chauffer à l'étuve à 100° C. Si nécessaire recommencer la vaporisation, suivie de chauffage une deuxième et même une troisième fois.

2) Vaporiser le réactif spécifique uniquement sur la zone du chromatogramme où peut se trouver l'antiseptique recherché; couvrir le reste de la plaque.

3) Examiner les plaques sous U.V. longueur d'onde 366 n.m.

9. Propriétés fermentatives

Réactifs

— Solution tampon (pH = 5,3): dissoudre 43,5 g d'acétate de sodium ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau distillée fraîchement bouillie, ajouter 4,5 ml d'acide acétique glacial et compléter à 250 ml avec la même eau distillée. Cette solution peut se conserver longtemps.

— Solution de chlorure de sodium 0,5 mol.: dissoudre 2,92 g de NaCl dans de l'eau distillée fraîchement bouillie et compléter à 100 ml. Cette solution ne se conserve que quelques jours (moisissures).

— Solution d'amidon 2%: (utiliser pour la préparation de ce réactif de l'amidon soluble préparé et standardisé selon 9.1 à 9.4). Peser une quantité d'amidon correspondant à 2,000 g de matière desséchée; l'introduire dans un ballon jaugé de 100 ml. Ajouter 5 ml de solution tampon et environ 75 ml d'eau distillée. Mettre l'amidon en suspension dans le liquide et chauffer dans un bain-marie bouillant pendant 5 min. Au début du chauffage le ballon est continuellement agité en lui imprimant un mouvement de rotation jusqu'à ce que l'amidon soit dissous. Refroidir et compléter au trait de jauge.

Conservation: 24 heures.

- Acide chlorhydrique 1 n.
- Acide chlorhydrique 0,1 n.
- Solution d'iode 0,02 n.
- Solution d'iode 0,0007 n.

Dans un ballon jaugé de 100 ml dissoudre 4 g d'iodure de potassium au moyen d'une petite quantité d'eau distillée bouillie. Y ajouter 0,70 ml de solution d'iode 0,1 n, mélanger et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée bouillie.

Conservation: quelques jours.

9.1. Préparation de l'amidon soluble

9.1.1. Dans un récipient conique plongé dans un bain-marie et muni d'un réfrigérant à reflux, faire bouillir pendant 1 heure, 20 g de fécule de pommes de terre en présence d'un mélange de 100 ml d'éthanol à 95% et 7 ml d'acide chlorhydrique 1 n. Refroidir, filtrer sur creuset filtrant (porosité 90—150 μ) et laver à l'eau jusqu'à ce que l'eau de lavage ne donne plus de réaction des chlorures. Essorer à fond et sécher l'amidon à l'air à 35° C.

9.2. Détermination de la teneur en humidité de l'amidon soluble

9.2.1. Peser exactement une quantité voisine de 2 g d'amidon soluble, répartir en couche mince sur le fond d'un pèse-filtre (\varnothing 5 cm).

9.2.2. Sécher pendant 1½ h à 130° C. Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser à nouveau. La perte de poids rapportée à 100 g constitue la teneur en humidité.

9.3. Détermination de l'indice de bleuissement de l'amidon soluble

9.3.1. Introduire dans un ballon jaugé de 100 ml une quantité d'amidon soluble correspondant à 1,000 g de matière sèche. Ajouter 80 ml d'eau et 2,5 ml de solution-tampon et mettre en suspension. Chauffer ensuite le ballon en le plongeant dans un bain-marie bouillant durant 5 minutes. Agiter continuellement par rotation jusqu'à ce que l'amidon soit dissous. Refroidir et compléter jusqu'au trait de jauge.

9.3.2. Introduire successivement dans un ballon jaugé de 100 ml environ 75 ml d'eau distillée, 1,0 ml d'acide chlorhydrique n et 1,5 ml de solution d'iode 0,02 n. Ensuite, ajouter sous agitation continue et au moyen d'une pipette jaugée 0,5 ml de solution d'amidon selon 9.3.1, compléter au trait de jauge, mélanger soigneusement et laisser reposer pendant 1 h à l'abri de la lumière.

9.3.3. Après 60 à 80 minutes mesurer l'extinction E_1 en cuvette de 2 cm à la température de 20° C et à la longueur d'onde de 575 nm. Porter la cuvette à la température de 20° C en la plaçant dans l'eau du thermostat immédiatement avant la mesure.

9.3.4. Effectuer en même temps un essai identique à blanc (sans amidon). Mesurer l'extinction E_2 . L'indice de bleuissement de l'amidon soluble examiné est égal à $E_1 - E_2$.

9.4. Préparation de l'amidon standard

On obtient des amidons possédant des indices de bleuissement différents en utilisant des féculs de pommes de terre de provenances différentes ou en variant le temps de chauffage ou la concentration d'acide chlorhydrique. En mélangeant des amidons d'indices de bleuissement différents, préparer un échantillon standard possédant un indice de bleuissement de $1 \pm 0,1$.

9.5. Détermination de l'indice diastasique (I.D.)

L'I.D. correspond au nombre d'unités d'amylase présentes dans 1 g de miel. Une unité correspond à la quantité d'enzyme (α -amylase) qui, en 1 heure de temps, hydrolyse 0,010 g d'amidon jusqu'au stade final fixé (transmission 50%).

9.5.1. Remarques

- a) Utiliser de l'eau distillée fraîchement bouillie pour toutes les préparations.
- b) Garnir la partie supérieure des pipettes d'un tampon d'ouate afin d'éviter toute contamination par des traces de salive.

9.5.2. Préparation de la solution de base à 20% de miel

Peser dans un petit bécher 5,00 g de l'échantillon de miel préparé selon 1.1 et mélanger avec un peu d'eau.

Ajouter 2,5 ml de tampon acétate et transvaser dans un ballon jaugé de 25 ml.

Ajouter 1,5 ml de solution de NaCl et compléter au trait. Pour la détermination de l'I.D. utiliser toujours une solution de miel fraîchement préparée (depuis 6 h au maximum).

9.6. Détermination du volume final

9.6.1. Le volume final doit être déterminé à l'avance; il a une valeur constante propre pour chaque préparation d'amidon.

9.6.2. Faire une solution d'amidon diluée en ajoutant au moyen d'une pipette 5 ml de solution d'amidon 2% à 10 ml d'eau et mélanger.

9.6.3. Pipeter 5,0 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n dans une éprouvette bouchée émeri de 50 ml (ou un tube à essai bouché émeri de même contenance).

9.6.4. Ajouter 0,5 ml de solution d'amidon diluée selon 9.6.2. et, au moyen d'une pipette contrôlée, en agitant constamment par rotation, 5,0 ml de solution d'iode 0,0007 n.

9.6.5. D'une burette de 50 ml, ajouter par portions successives la quantité d'eau nécessaire pour obtenir une solution possédant une extinction de 1,75 à 1,77.

9.6.6. Mesurer l'extinction, après chaque addition d'eau, en cuvette de 2 cm à la température de 20° C et à la longueur d'onde de 575 nm, et par rapport à un essai à blanc obtenu en diluant 5,0 ml de solution d'iode approximativement au volume final présumé.

Après chaque mesure, réserver le contenu de la cuvette dans l'éprouvette. Après chaque addition d'eau, rincer la cuvette avec la nouvelle solution obtenue. Faire attention de ne perdre aucune goutte de liquide.

9.6.7. Pour contrôle répéter l'essai comme suit:

ajouter successivement à 5,0 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n, 0,5 ml de solution d'amidon diluée 9.6.2., ensuite le volume d'eau déterminé selon 9.6.5. à 9.6.6. Ajouter enfin en agitant 5,0 ml de solution d'iode 0,0007 n.

9.6.8. Laisser cette solution au repos et à l'abri de la lumière pendant 1 heure, remplir la cuvette et la placer dans l'eau du thermostat à 20,0° C jusqu'à ce que le contenu de la cuvette atteigne cette température.

9.6.9. Déterminer l'extinction. Corriger le volume final si nécessaire.

9.7. Détermination de la teneur en amylase

9.7.1. Pipeter dans une éprouvette bouchée émeri de \pm 25 ml, 10,0 ml de solution de miel à 20% selon 9.5.2.

9.7.2. Remplir une autre éprouvette avec la solution d'amidon à 2%.

9.7.3. Placer les deux éprouvettes fermées dans l'eau du thermostat à 40,0° C (lester au moyen de plomb).

9.7.4. Quand les deux solutions ont la même température, ajouter au moyen d'une pipette 5,0 ml de la solution d'amidon 2% aux 10 ml de la solution de miel, bien agiter et noter le temps (initial).

9.7.5. Après des périodes de temps déterminées (toutes les 2 à 6 minutes selon le pouvoir enzymatique), pipeter au moyen d'une pipette de 1 ml, 0,50 ml du mélange en réaction, les introduire dans

un cylindre de 50 ml bouché émeri ou un tube à essai de même capacité, contenant déjà 5 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n. (L'action enzymatique est immédiatement interrompue par l'acide chlorhydrique).

9.7.6. Noter chaque fois les temps de réaction correspondants.

9.7.7. Ajouter ensuite la quantité d'eau déterminée selon 9.6.7.; mélanger et ajouter en agitant continuellement 5,0 ml de la solution d'iode 0,0007 n.

9.7.8. Répéter l'opération sur les prélèvements prévus en 9.7.5. jusqu'à ce que l'ajoute d'iode ne donne plus qu'une coloration jaune-brun (la transmission est alors environ 60 à 70%).

9.7.9. Après mélange laisser reposer les cylindres pendant 1 heure à l'abri de la lumière.

9.7.10. Faire un essai à blanc avec les mêmes réactifs mais en prenant 0,5 ml d'eau au lieu de la solution de miel.

9.7.11. Mesurer les extinctions comme décrit en 9.3.3. et 9.3.4. Traduire les lectures en transmission.

9.8. Calcul de l'indice diastasique (I.D.)

9.8.1. Porter sur du papier millimétré les temps de réaction en minutes par rapport aux transmissions. (Dans l'intervalle compris entre 35 et 70% de transmission les points sont pratiquement en ligne droite).

9.8.2. Lire le temps de réaction (t) correspondant à une transmission de 50%. Pour le déterminer avec une exactitude suffisante, il convient de faire les mesures à 3 ou 4 points entre 35 et 70% de transmission.

9.8.3. L'indice diastasique est alors:

$$I.D. = \frac{60}{t} \cdot \frac{0,10}{0,01} \cdot \frac{1,0}{2,0} \cdot \frac{300}{t}$$

t = temps de réaction en minutes nécessaires pour atteindre une transmission de 50%. (Voir définition sous 9.5. Le mélange en réaction contient 0,1 g d'amidon et 2,0 g de miel).

Les propriétés fermentatives sont considérées comme intactes si l'indice diastasique est égal ou supérieur à 8.

10. Détermination de l'hydroxyméthylfurfural (HMF) par colorimétrie selon Winckler

Réactifs:

— Solution d'acide barbiturique: Peser dans un ballon jaugé de 100 ml, 500 mg d'acide barbiturique, séché au préalable à 105° C et ajouter 70 ml d'eau. Placer le ballon au bain-marie jusqu'à dissolution de l'acide barbiturique. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge, avec de l'eau. Conserver la solution au frigo.

— Solution de p-toluidine: dissoudre 10,0 g de p-toluidine p.a. dans environ 50 ml d'isopropanol en chauffant légèrement au bain-marie. Introduire cette solution dans un ballon jaugé de 100 ml et ajouter 10 ml d'acide acétique glacial. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'isopropanol. La solution se conserve en flacon brun, au frigo. A renouveler après 3 ou 4 jours.

10.1 L'ensemble des opérations suivantes doit s'effectuer en une heure au maximum.

10.2 Préparer une solution mère en dissolvant dans de l'eau distillée désaérée 10 g de miel préparé selon 1.1 et en complétant à 50 ml dans un ballon jaugé avec la même eau distillée désaérée.

10.3 Prendre deux éprouvettes et introduire dans chacune d'elles au moyen d'une pipette 2,0 ml de la solution de miel, puis y ajouter 5,0 ml de solution de p-toluidine. Ajouter avec une pipette 1,0 ml d'eau dans l'éprouvette n° 1 et agiter. Ajouter avec une pipette 1,0 ml de solution d'acide barbiturique dans l'éprouvette n° 2, agiter et déclencher simultanément un chronomètre compte secondes.

10.4 Introduire rapidement les solutions en cuvettes de 1 cm dans le spectrophotomètre réglé à la longueur d'onde de 550 nm. Lire les extinctions de la solution 2 par rapport à la solution 1 de minute en minute pendant 4 à 5 minutes à partir de l'adjonction de la solution barbiturique.

10.5 La courbe des extinctions en fonction du temps doit présenter un maximum entre 2 et 4 minutes. Soit A cette extinction maximum.

10.6. La teneur en HMF mg/100 g s'obtient par le calcul suivant $A \times 19,2$
Le HMF est considéré comme étant absent si le résultat ne dépasse pas 4 mg/100 g.

11. Filth-test

Réactif:

— Acide nitrique p.s. 1,37.

11.1 Dissoudre 200 g du miel préparé selon 1.2., dans 200 ml d'eau chaude acidifiée par 5 ml de HNO_3 .

11.2. Filtrer ensuite directement, par aspiration, sur papier filtre de 7 cm à filtration rapide. Rincer par la plus petite quantité possible d'eau chaude et examiner le filtre au microscope.

12. Colorants

L'examen est effectué conformément à la Recommandation M (65) 4 du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux relative à l'application d'une méthode de référence Benelux pour la recherche et l'identification des colorants synthétiques, solubles dans l'eau, présents dans les denrées alimentaires

13. Pollen

Faire un examen microscopique.

14. Examen microbiologique

14.1 Moisissures

A l'examen macroscopique, la surface du miel ne peut pas révéler la présence de moisissures.

Règlement ministériel du 7 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée.

Le Ministre des Finances,

Vu la loi du 28 décembre 1959 portant approbation du Protocole entre la Belgique, le Luxembourg et les Pays-Bas pour l'établissement d'un nouveau tarif des droits d'entrée, signé à Bruxelles le 25 juillet 1958, ainsi que du Protocole additionnel, signé à Bruxelles le 22 décembre 1958;

Vu le paragraphe 39 des dispositions préliminaires du tarif des droits d'entrée annexé au Protocole précité du 25 juillet 1958;

Vu l'arrêté ministériel du 17 décembre 1960 relatif au tarif des droits d'entrée, tel qu'il a été modifié dans la suite;

Vu l'article 15 de la loi du 21 mai 1964 concernant la réorganisation de l'administration des douanes;

Arrête:

Art. 1^{er}. Des contingents tarifaires, à droits réduits ou nuls, sont ouverts pour les marchandises reprises au tableau annexé au présent règlement, sous les conditions et dans les limites déterminées audit tableau.

Art. 2. Le Directeur des Douanes est chargé de l'exécution du présent règlement qui entre en vigueur avec effet rétroactif, au 1^{er} janvier 1970.

Luxembourg, le 7 février 1970

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Tableau des contingents tarifaires

| N° du tarif | Désignation des marchandises | Droit réduit | Volume T = 1000 kg | Période | Conditions |
|--------------|---|--------------|--------------------------|------------------------------|---|
| 22.05 B I b | Vins de raisins frais, titrant 13° ou moins d'alcool acquis et présentés en récipients contenant plus de deux litres | F 112,5 l'hl | 2850 hl | du 1.1.1970 au 31.12.1970 | L'importation est limitée aux vins importés d'Algérie où ils se trouvaient en libre pratique; elle peut s'effectuer par tous les bureaux des douanes luxembourgeois aux conditions déterminées par le Directeur des Douanes |
| 24.01 | Tabacs bruts ou non fabriqués; déchets de tabacs | expt. | 65 T | id. | L'importation est limitée aux produits originaires et en provenance de la Turquie et doit s'effectuer par les bureaux des douanes de Luxembourg et d'Ettelbruck aux conditions déterminées par le Directeur des Douanes |
| 73.01 B II b | Fontes hématites contenant en poids 1,50% ou moins de manganèse, autres (que celles entièrement fabriquées au charbon de bois) (CECA) | 4,4% | 1000 T | id. | Admission par tous les bureaux des douanes luxembourgeois aux conditions déterminées par le Directeur des Douanes |
| 73.01 C II | Fontes phosphoreuses contenant en poids plus de 1%, de silicium | | | | |
| 73.02 C | Ferro-silicium | expt. | 2537 T | id. | id. |
| ex 73.02 E I | Ferro-chrome contenant en poids 0,10% ou moins de carbone et de 30% exclus à 90% inclus de chrome (ferro-chrome surraffiné)..... | expt. | 10 T | id. | id. |
| 76.01 A | Aluminium brut | 5% | 1485 T | id. | id. |

Vu pour être annexé au règlement ministériel du 7 février 1970.

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Règlement ministériel du 13 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée.

Le Ministre des Finances,

Vu la loi du 28 décembre 1959 portant approbation du protocole entre la Belgique, le Luxembourg et les Pays-Bas pour l'établissement d'un nouveau tarif des droits d'entrée, signé à Bruxelles le 25 juillet 1958, ainsi que du protocole additionnel signé à Bruxelles le 22 décembre 1958;

Vu les articles 2, 5 et 41 de la Convention coordonnée instituant l'Union Economique belgo-luxembourgeoise, approuvée par la loi du 26 mai 1965;

Vu l'article 6 de l'arrêté grand-ducal du 24 avril 1922 relatif à la mise en vigueur des dispositions légales et réglementaires en matière des droits d'entrée;

Vu l'arrêté ministériel belge du 10 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée;

Arrête:

Article unique. L'arrêté ministériel belge du 10 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée est publié au Mémorial pour être exécuté au Grand-Duché de Luxembourg à partir du 1^{er} janvier 1970, à l'exception de l'article premier qui produit ses effets à partir du 1^{er} février 1970.

Luxembourg, le 13 février 1970

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Arrêté ministériel belge du 10 février 1970 relatif au tarif des droits d'entrée.

Le Ministre des Finances,

Vu la loi du 11 décembre 1959 portant approbation du protocole signé à Bruxelles, le 25 juillet 1958, par la Belgique, le Luxembourg et les Pays-Bas, pour l'établissement d'un nouveau tarif des droits d'entrée;

Vu l'arrêté royal du 7 décembre 1960, relatif au tarif des droits d'entrée, modifié en dernier lieu par l'arrêté royal du 23 décembre 1969;

Vu le § 39bis des dispositions préliminaires dudit tarif;

Vu l'arrêté ministériel du 14 janvier 1970 relatif au tarif des droits d'entrée;

Vu l'article 2, alinéa 2, de la loi du 23 décembre 1946 portant création d'un Conseil d'Etat;

Vu l'urgence,

Arrête:

Art. 1^{er}. Pour les marchandises reprises au tableau ci-annexé, la perception des droits d'entrée est suspendue conformément et dans les limites dudit tableau.

Art. 2. L'abrogation des suspensions relatives aux positions tarifaires 50.02 et 50.04 visée à l'article 2 de l'arrêté ministériel du 14 janvier 1970 relatif au tarif des droits d'entrée est rapportée.

Art. 3. Le présent arrêté produit ses effets le 1^{er} janvier 1970, à l'exception de l'article premier qui produit ses effets le 1^{er} février 1970.

Bruxelles, le 10 février 1970

Baron SNOY et d'OPPUERS

ANNEXE

Tableau des suspensions

| N° du tarif | Désignation des marchandises | Tarif | Fin de la suspension |
|---------------|---|-------|----------------------|
| 73.06 | Fer et acier, en massiaux, lingots ou masses | expt. | } 31 mai 1970 |
| 73.07 A I | Blooms et billettes, laminés | expt. | |
| 73.07 B I | Brames et largets, laminés | expt. | |
| 73.08 | Ebauches en rouleaux pour tôles, en fer ou en acier | expt. | |
| 73.10 A I | Fil machine simplement laminé ou filé à chaud | 4 % | |
| ex 73.10 A II | Barres d'armature pour ciment ou béton comportant des indentations, bourrelets, creux ou reliefs de faible importance venus de laminage, ayant subi ou non une torsion après laminage | 3,5% | |
| 73.13 B I a | autres tôles, simplement laminés à chaud, d'une épaisseur de 3 mm ou plus | 4 % | |

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 10 février 1970.

Le Ministre des Finances,
Baron SNOY et d'OPPUERS

Règlement ministériel du 13 février 1970 fixant les méthodes d'analyse de référence en matière de cacao et de chocolat.

Le Ministre de la Santé Publique,

Vu l'article 17 du règlement grand-ducal du 12 octobre 1966 relatif au cacao et au chocolat;

Vu la Recommandation du Comité de Ministres de l'Union Economique BENELUX M(66)7 du 12 avril 1967;

Vu les avis de la Chambre de Commerce et de la Chambre des Métiers;

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes;

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en oeuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes.

Arrête:

Art. 1^{er}. Les méthodes d'analyse fixées à l'annexe sont les seules méthodes de référence valables pour les produits et préparations visés par le règlement grand-ducal du 12 octobre 1966 relatif au cacao et au chocolat.

Art. 2. Le présent règlement ainsi que l'annexe seront publiés au Mémorial.

Luxembourg, le 13 février 1970.

Le Ministre de la Santé Publique,
Madeleine Frieden-Kinnen

Méthodes d'analyse de référence concernant le cacao et le chocolat

1. Préparation des échantillons

1.1. *Cacao en grains*

Broyer dans un mortier chauffé à environ 50° C jusqu'à obtention d'une masse plus ou moins fluide mais parfaitement homogène. Transvaser dans un récipient à large ouverture et refroidir rapidement. Traiter la masse selon 1.5.

1.2. *Cacao en pâte et tous les tourteaux de cacao*

Traiter selon 1.5.

1.3. *Cacao en poudre (sucré ou non)*

Mélanger soigneusement.

1.4. *Beurre de cacao*

Fondre à environ 40° C et homogénéiser.

1.5. *Chocolat, chocolat de couverture, chocolat au lait, chocolat au lait de couverture*

Râper finement en évitant un échauffement; mélanger les râpures.

1.6. *Chocolat vermicelle, chocolat en flocons, chocolat vermicelle au lait, chocolat en flocons au lait*

Mélanger soigneusement.

1.7. *Chocolat fourré*

Prélever l'enveloppe extérieure de chocolat en ayant soin d'éliminer les parcelles de pâte fourrée qui pourraient y adhérer.

Râper l'enveloppe en procédant selon 1.5.

1.8. *Chocolat aux noisettes, chocolat au lait aux noisettes* tels que définis aux articles 4c) et 5c) de la Recommandation M (63) 19

1.8.1. *Noisettes entières et gros fragments*

Briser un échantillon de poids connu ou, le cas échéant, le chauffer modérément de façon à pouvoir en séparer à la pince les fragments les plus importants de noisettes, noix ou amandes. Les peser. Refroidir si nécessaire et traiter selon 1.5 ou 1.8.2.

1.8.2. *Noisettes finement broyées*

Réactif: éther de pétrole, P.E. 40-60° C.

1.8.2.1. Prendre une partie proportionnelle d'un certain nombre de bâtons ou de tablettes afin d'obtenir 50 g, les introduire dans un bécher, ajouter de l'éther de pétrole, triturer le chocolat. (Le contact entre les noisettes et l'éther de pétrole doit être de courte durée pour éviter l'extraction de graisse des noisettes).

1.8.2.2. Mettre un creuset de porcelaine à fond filtrant de grand modèle (creuset selon Gooch, diamètre supérieur 5,5 cm, diamètre des trous 0,6 mm environ, sans plaque et sans couche filtrante) dans un petit cristalliseur et peser le tout.

1.8.2.3. Verser le mélange d'éther de pétrole et de chocolat dans le creuset préalablement placé sur un entonnoir à filtration (sans utiliser le vide). Les fragments des noisettes restent dans le creuset: la solution de graisse, la poudre de cacao, la poudre de lait, la poudre de sucre, etc. passent.

Laver le creuset et le contenu à l'éther de pétrole jusqu'à ce que celui-ci passe limpide.

1.8.2.4. Faire passer les noisettes du creuset dans le cristalliseur et les y répartir sur le fond. Maintenir le cristalliseur avec le creuset pendant 24 h à 30° C environ, puis durant 24 h à l'air à la température ambiante et peser (le taux d'humidité des noisettes est alors de nouveau en équilibre avec le taux d'humidité de l'air).

1.8.2.5. Tarer un filtre de papier, l'humecter d'éther de pétrole et filtrer la suspension obtenue en 1.8.2.3. ainsi que les solutions pétroléiniques de lavage. Rincer le filtre jusqu'à élimination complète de la graisse.

1.8.2.6. Sécher et peser le filtre, conserver le contenu dans un flacon bien fermé pour l'analyse ultérieure.

1.8.2.7. Evaporer complètement les solutions pétroléiniques dans un ballon taré, sécher et peser. Conserver le résidu pour l'analyse ultérieure.

2. Humidité

Réactif:

Sable: lavé à l'acide chlorhydrique et séché.

Tarer un pèse-filtre à forme plate avec couvercle rodé contenant environ 20 grammes de sable et une petite baguette de verre. Y introduire 5 grammes de la denrée préparée selon 1. et peser le tout. Mélanger ensuite à l'aide de la baguette de verre et sécher le mélange à l'étuve à 100-103°C pendant quatre heures au moins et jusqu'à ce que deux pesées effectuées après un intervalle de 45 minutes n'accusent pas de perte de poids supérieure à 5 mg.

La perte de poids, rapportée à 100 grammes de la denrée, représente le taux d'humidité.

3. Graisse

Réactifs:

éther de pétrole P.E. 40°-60°C

acide chlorhydrique, 25% en poids

solution nitrate d'argent 0,1 n

Suivant la teneur présumée en graisse, mélanger 3 à 10 g de la denrée préparée selon 1. avec 45 ml d'eau bouillante jusqu'à ce qu'une suspension homogène soit obtenue. Ajouter ensuite 55 ml d'acide chlorhydrique et faire bouillir doucement cette suspension pendant 15 min. Filtrer la suspension encore chaude sur un filtre préalablement mouillé et laver le filtre à l'eau bouillante jusqu'à ce que l'eau de lavage ne donne plus la réaction des chlorures avec la solution de nitrate d'argent.

Transférer le filtre dans une cartouche à extraction, dégraissée. Sécher pendant 6 h au maximum à 100°-103°C. Introduire la cartouche séchée dans l'appareil de Soxhlet ou un appareil d'extraction similaire dont le ballon a été préalablement taré. Procéder pendant 4 h à l'extraction de la graisse avec de l'éther de pétrole.

Distiller l'éther de pétrole et sécher le ballon contenant la graisse pendant 1 h à 100°-103°C. Peser le ballon avec son contenu et remettre à l'étuve pendant 30 min. Le poids est à considérer comme constant dès que la variation entre deux pesées successives ne dépasse pas 5 mg.

Le poids du résidu obtenu, rapporté à 100 g de la denrée, représente la teneur en graisse.

4. Cendres

Introduire 5 g de la denrée préparée selon 1. dans une capsule de platine tarée. Calciner dans un four électrique en élevant peu à peu la température jusqu'à 550°-600°C.

Continuer l'incinération jusqu'à obtention de cendres tout à fait blanches.

Après refroidissement dans un exsiccateur, peser et calculer le résultat en pour-cent de la matière sèche et dégraissée.

5. Alcalinité des cendres

Réactifs:

acide chlorhydrique 0,5 n

solution de soude caustique 0,1 n

Solution tampon pH = 4,5: mélanger 719 ml de solution de citrate de sodium (dissoudre 21 g d'acide citrique (C₆H₈O₇·H₂O) dans 200 ml de solution de soude caustique n et compléter à un litre à 20°C avec de l'eau distillée fraîchement bouillie) et 281 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n. Ajouter 10 mg d'iodure de mercure (II) pour assurer la conservation de la solution tampon.

Vert de bromocrésol: 0,75 g de vert de bromocrésol dans 100 ml d'éthanol à 95% vol.

5.1. Reprendre les cendres obtenues sous 4, dans un peu d'eau bouillante et transférer la suspension de cendres dans un matras conique. Rincer au moins deux fois la capsule avec de l'eau bouillante et verser les eaux de lavage dans le matras conique.

A l'aide d'une pipette, ajouter dans le matras conique, 10 ml d'acide chlorhydrique 0,5 n. Chauffer le matras pendant 15 minutes sur un bain-marie bouillant. Filtrer la suspension et recueillir dans un matras conique. Laver le filtre et son contenu jusqu'à ce que les eaux de lavage ne donnent plus de réaction acide.

Titrer en retour le filtrat obtenu, par la solution de NaOH 0,1 n, en présence de deux gouttes de solution de vert de bromocrésol, jusqu'à obtention d'une coloration verte identique à celle de la solution tampon pH 4,5, à laquelle ont été ajoutées également deux gouttes d'indicateur. Soit *a* ml.

5.2. Titrer dans les mêmes conditions par la même solution de NaOH 0,1 n, 10 ml d'acide chlorhydrique 0,5 n dilué au même volume que l'essai principal. Soit *b* ml.

5.3. L'alcalinité exprimée en ml de solution de soude caustique *n* pour 100 g de matière sèche et dégraissée est obtenue par la formule:

$$\frac{b-a}{10} \times \frac{100}{p} \times \frac{100}{100-g-h}$$

p = poids en g de la denrée d'origine

g = pourcentage de matière grasse

h = pourcentage d'humidité

6. Identification des sucres par chromatographie sur papier

Réactifs:

— Solution d'hexacyanoferrate de potassium (II): dissoudre 106 g de $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ dans de l'eau distillée et diluer jusqu'à un litre;

— Solution d'acétate de zinc:

dissoudre 238 g de $(CH_3COO)_2Zn \cdot 3H_2O$ dans de l'eau distillée, ajouter 30 g d'acide acétique et diluer à l'eau distillée jusqu'à un litre;

— Phases mobiles pour chromatographie:

a) mélange de 6 vol. d'acétate d'éthyle, 3 vol. d'acide acétique et de 2 vol. d'eau

b) mélange de 5 vol. de *n*. butanol; de 3 vol. de pyridine, de 1 vol. de benzène et de 3 vol. d'eau;

— Révélateurs:

a) dissoudre 1,66 g d'acide phtalique et 0,93 g d'aniline dans 100 ml de *n* butanol saturé d'eau. La solution se conserve bien

b) dissoudre 4 g de *p*-anisidine dans 96 ml d'acétone (solution A)

dissoudre 4 g de diphenylamine dans 96 ml d'acétone (solution B)

ajouter goutte à goutte, tout en remuant, 10 ml d'acide phosphorique 85% à 50 ml de la solution A. Si la solution obtenue n'est pas limpide, y ajouter quelques gouttes d'acide phosphorique jusqu'à ce que la solution soit parfaitement limpide. Ajouter ensuite, tout en agitant vivement, 50 ml de la solution B. Le réactif doit être préparé immédiatement avant l'emploi. Les solutions A et B, isolées, se conservent longtemps;

— Solutions de sucre: préparer des solutions à 1% de saccharose, de glucose, de fructose, de maltose et de lactose dans de l'éthanol 50% vol.;

— Papier pour chromatographie: Whatman n° 1 ou équivalent.

6.1. Isolement

6.1.1. Placer dans un tube à centrifugation 5 g de la denrée préparée selon 1. Ajouter 15 ml d'eau distillée à 60°C environ et remuer énergiquement.

6.1.2. Laisser refroidir le contenu du tube, ajouter 1 ml de la solution d'hexacyanoferrate de potassium (II) et 1 ml de la solution d'acétate de zinc, en remuant vivement après chaque adjonction.

6.1.3. Centrifuger pendant 10 minutes à 3.000-3.500 tours par minute, filtrer ensuite le liquide à travers un filtre de papier.

6.2. Identification

6.2.1. Déposer sur la ligne de départ d'une feuille de papier pour chromatographie, 5 µl de la solution obtenue et 5 µl de chacune des solutions-témoins de saccharose, de glucose, de fructose, de maltose et de lactose.

6.2.2. Chromatographier par voie descendante à l'aide de l'une des phases mobiles pendant 16 heures au moins.

6.2.3. Sécher le chromatogramme à l'air. Traiter selon 6.2.4. ou 6.2.5.

6.2.4. Vaporiser la solution aniline-phtalate sur le chromatogramme sec et chauffer celui-ci à 130° C pendant 5 à 10 minutes. Les produits de réaction des sucres apparaissent sous forme de taches brunes.

6.2.5. Passer une fois rapidement le chromatogramme sec dans la solution de p-anisidine-diphénylamine et chauffer celui-ci pendant 5 minutes à 100-105°C. Les produits de réaction apparaissent sous la forme de taches colorées.

7. Dosage du saccharose

Cette méthode ne s'applique qu'en l'absence d'autres substances optiquement actives hydrolysables

Réactifs:

Acétate basique de plomb: dissoudre 230 g d'acétate de plomb ($\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans environ 700 ml d'eau en ébullition. Tout en remuant constamment, ajouter graduellement, pendant l'ébullition, 120 g d'oxyde de plomb (PbO). Lorsque la plus grande quantité possible d'oxyde de plomb est dissoute, filtrer à chaud la solution dans un ballon jaugé d'un litre. Laver le résidu à l'eau bouillante, Refroidir le filtrat jusqu'à 20° C, compléter avec de l'eau jusqu'à 1 litre, bien mélanger.

Acide acétique glacial: 98-100%

Acide chlorhydrique 6,3 n: diluer 630 ml d'acide chlorhydrique ($d = 1,16 - 1,18$) avec de l'eau dans un ballon jaugé jusqu'à 1 litre. Déterminer le titre de cette solution: pipeter 5 ml dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec de l'eau jusqu'à la marque. Titrer 10 ml de cette dernière solution avec NaOH 0,1 n en employant la phénolphthaléine comme indicateur. On doit employer exactement 31,5 ml de NaOH 0,1 n.

Appareillage:

Polarimètre avec lampe à vapeur de sodium.

7.1. Peser exactement 25,00 g de l'échantillon finement rapé dans un bécher de 100 ml. Délayer dans 40 ml d'eau à 80° C. Transvaser la suspension dans un ballon jaugé de 250 ml avec environ 100 ml d'eau chaude. Refroidir jusqu'à environ 20° C et ajouter 3,75 ml d'acétate basique de plomb.

Si l'échantillon renferme plus de 20% de cacao dégraissé, il faut ajouter 5 ml d'acétate basique de plomb.

Refroidir le ballon jaugé jusqu'à 20° C, compléter avec de l'eau à 20° C jusqu'à la marque et mélanger le contenu en agitant énergiquement. Filtrer la suspension homogène sur un filtre plissé. Jeter les premiers 20 ml du filtrat.

7.2. Pipeter 50 ml de la solution limpide, obtenue selon 7.1., dans un vase conique sec à bouchon rôdé. Ajouter 0,2 ml d'acide acétique glacial et bien mélanger. Mesurer la rotation de cette solution à 20° C. Effectuer au moins 6 lectures. Prendre la moyenne de ces lectures (= d). La rotation spécifique D de la solution est:

$$D = \frac{10,04 \times d}{L}$$

L = longueur en dm du tube de polarisation.

Si le saccharose est la seule substance optiquement active présente, sa teneur en pourcent de poids est:

$$S = \frac{15,06 \times d \times V}{L}$$

V = la correction de volume selon 7.4.

7.3. Pipeter 40 ml de la solution, obtenue selon 7.1., dans un ballon jaugé de 50 ml et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique 6,3 n. Introduire un thermomètre dans le ballon jaugé et porter le contenu du ballon à 60° C en 2 minutes dans un bain-marie. Maintenir le contenu du ballon à cette température pendant 10 minutes. Ensuite, refroidir rapidement le ballon jusqu'à 20° C. Sortir le thermomètre du ballon jaugé, le rincer à l'eau et compléter le volume avec de l'eau jusqu'au trait. Mélanger en agitant énergiquement.

Après une heure environ, déterminer la rotation de cette solution, dans le tube de polarisation utilisé sous 7.2. Effectuer au moins 6 lectures. Prendre la moyenne de ces lectures (= d').

La rotation spécifique J de la solution est:

$$J = \frac{12,5 \times d'}{L}$$

L = longueur en dm du tube de polarisation.

7.4. Le pourcentage non corrigé de saccharose est:

$$s = \frac{D - J}{0,8811}$$

Il faut faire intervenir un facteur de correction V pour le volume du précipité:

$$V = \frac{1000 - (1,02a + 0,8b)}{1000}$$

où a = pourcentage de matière grasse de l'échantillon, déterminé selon 3;

b = somme des pourcentages de cacao dégraissé et de protéines de lait de l'échantillon. Si la teneur en sucre (saccharose + lactose) est d'environ 40%, b est calculé en déduisant de 102 la somme des pourcentages d'humidité, de matière grasse, de saccharose non corrigé et éventuellement de lactose non corrigé. Si le pourcentage de saccharose et de lactose est d'environ 50% ou davantage, b est calculé comme précédemment en remplaçant 102 par 102,5. Dans la plupart des cas, V sera d'environ 0,95.

Le pourcentage de saccharose de la denrée est:

$$S = s \times V$$

8. Dosage du lactose en l'absence d'autres substances réductrices

Réactifs:

Solution d'oxalate de potassium: dissoudre 10 g de $K_2C_2O_4 \cdot H_2O$ dans 100 ml d'eau.

Solution de phosphate disodique: dissoudre 10 g de $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ dans 100 ml d'eau.

Terre d'infusoires: mélanger 50 g de Celite 545 et 50 g de Celite Filter Cel, puis calciner le mélange à 800° C.

Iodure de potassium

Acide sulfurique 25% en poids

Thiosulfate de sodium 0,1 n

Empois d'amidon 1%

Réactif de Luff-Schoorl: préparer les trois solutions suivantes:

- 25 g de sulfate de cuivre ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dans 100 ml d'eau;
- 388 g de carbonate de sodium ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) dans 300 à 400 ml d'eau;
- 50 g d'acide citrique ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) dans 50 ml d'eau.

Verser prudemment la solution c dans la solution b refroidie et brasser jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement d'acide carbonique. Ajouter à ce mélange, tout en remuant, la solution a. Laisser refroidir, compléter à un litre et filtrer après 24 heures. La solution ainsi préparée accuse un pH d'environ 9,9.

Contrôler le réactif comme suit:

aa. A 25 ml du réactif ajouter 3 g d'iodure de potassium, dissous dans un peu d'eau, et 25 ml d'acide sulfurique 25% en poids. Titrer avec du thiosulfate de sodium 0,1 n. A la fin de la titration, ajouter un peu d'empois d'amidon. La quantité de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisée doit être de 25 ml.

bb. Dans un ballon jaugé de 100 ml, introduire 10 ml du réactif et porter au trait.

Dans un vase conique, mélanger 10 ml de ce réactif dilué et 25 ml d'acide chlorhydrique 0,1 n chauffer une heure au bain-marie bouillant. Laisser refroidir, ramener au volume initial avec de l'eau et titrer avec NaOH 0,1 n en présence de phénolphthaléine. La quantité de NaOH 0,1 n utilisée doit être de 5,5 à 6,5 ml.

cc. Titrer par HCL 0,1 n en présence de phénolphthaléine, 10 ml de réactif dilué suivant bb. La quantité de HCL 0,1 n utilisée doit être de 6 à 7,5 ml.

8.1. Pipeter 50 ml de la solution, obtenue selon 7.1, dans un ballon jaugé de 200 ml. Ajouter 2 ml d'oxalate de potassium tout en remuant, attendre une minute, puis ajouter 2 ml de phosphate disodique, compléter avec de l'eau jusqu'à la marque et mélanger.

8.2. Transvaser le contenu du ballon dans un bécher sec, ajouter un peu de terre d'infusoires, agiter et filtrer sur un filtre plissé. Remettre les premiers ml du filtrat dans le filtre.

8.3. Pipeter 25 ml de réactif de Luff-Schoorl et 25 ml de la solution obtenue selon 8.2., dans un vase conique de 300 ml. Ajouter quelques fragments de pierre ponce et munir le vase conique d'un réfrigérant à reflux. Placer le récipient sur un treillis métallique recouvert d'un carton d'amiante percé d'un trou de même diamètre que le fond du vase conique.

Porter le contenu du vase conique à l'ébullition en 2 minutes et maintenir pendant exactement 10 minutes une ébullition modérée.

Si toute la solution cuivrique est réduite, diminuer la quantité de solution obtenue selon 8.2. et, après adjonction de 25 ml de réactif de Luff-Schoorl, ajouter de l'eau de façon que le volume atteigne 50 ml. (Le dosage donne les meilleurs résultats lorsque les 25 ml de solution contiennent entre 15 et 60 mg de sucre réducteur.)

8.4. Refroidir rapidement jusqu'à 20°C. Ajouter 3 g d'iodure de potassium dissous dans un peu d'eau, puis ajouter prudemment tout en agitant continuellement, 25 ml d'acide sulfurique.

Titre immédiatement la solution par le thiosulfate de sodium 0,1 n en agitant continuellement. Vers la fin de la titration, ajouter 1 à 2 ml d'empois d'amidon.

8.5. Exécuter de la même manière un essai à blanc, en remplaçant la solution sucrée par 25 ml d'eau.

8.6. Calculer de la manière suivante la teneur en lactose anhydre. Retrancher le nombre de ml de thiosulfate de sodium 0,1 n utilisé pour le dosage du nombre de ml de thiosulfate de sodium utilisés pour l'essai à blanc. Chercher, à l'aide de la table selon Luff-Schoorl la quantité de lactose anhydre correspondant à la différence, soit m mg.

n = ml de solution sucrée utilisée en 8.3.

L' = % lactose anhydre non corrigé

r = 0,25 = facteur de correction pour réduction par le saccharose et les substances réductrices du cacao

V = facteur de correction pour le volume du précipité (voir 7.4.)

On peut retenir 0,95 à cet effet.

L = % lactose anhydre

$$L' = \frac{m.4}{n}$$

$L = (L' - r) V$ ou

$L = (L' - 0,25) 0,95$

8.7. Table selon Luff-Schoorl

| 0,1 n Na ₂ S ₂ O ₃ ml | Lactose anhydre mg | Différence | Glucose, fructose ou sucre interverti mg | Différence |
|--|--------------------------|------------|--|------------|
| 1 | 3,6 | 3,7 | 2,4 | 2,4 |
| 2 | 7,3 | 3,7 | 4,8 | 2,4 |
| 3 | 11,0 | 3,7 | 7,2 | 2,5 |
| 4 | 14,7 | 3,7 | 9,7 | 2,5 |
| 5 | 18,4 | 3,7 | 12,2 | 2,5 |
| 6 | 22,1 | 3,7 | 14,7 | 2,5 |
| 7 | 25,8 | 3,7 | 17,2 | 2,6 |
| 8 | 29,5 | 3,7 | 19,8 | 2,6 |
| 9 | 33,2 | 3,8 | 22,4 | 2,6 |
| 10 | 37,0 | 3,8 | 25,0 | 2,6 |
| 11 | 40,8 | 3,8 | 27,6 | 2,7 |
| 12 | 44,6 | 3,8 | 30,3 | 2,7 |
| 13 | 48,4 | 3,8 | 33,0 | 2,7 |
| 14 | 52,2 | 3,8 | 35,7 | 2,8 |
| 15 | 56,0 | 3,9 | 38,5 | 2,8 |
| 16 | 59,9 | 3,9 | 41,3 | 2,9 |
| 17 | 63,8 | 3,9 | 44,2 | 2,9 |
| 18 | 67,7 | 4,0 | 47,1 | 2,9 |
| 19 | 71,7 | 4,0 | 50,0 | 3,0 |
| 20 | 75,7 | 4,0 | 53,0 | 3,0 |
| 21 | 79,8 | 4,1 | 56,0 | 3,1 |
| 22 | 83,9 | 4,1 | 59,1 | 3,1 |
| 23 | 88,0 | | 62,2 | |

9. **Dosage du glucose en présence de saccharose** et en l'absence d'autres substances réductrices

9.1. Déterminer le pouvoir réducteur selon 8. et le calculer en glucose.

9.2. Déterminer la teneur en saccharose, selon 7.

10. **Dosage du sucre interverti, en présence de saccharose** et en l'absence d'autres substances réductrices

10.1 Déterminer le pouvoir réducteur selon 8. et le calculer en sucre interverti

10.2 Déterminer la teneur en saccharose selon 7.

11. **Dosage du glucose et du sucre interverti en présence de saccharose** et en l'absence d'autres substances réductrices*Réactifs:*

Réactifs cités sous 8.

En outre:

Solution d'hydroxyde de sodium 8 n.

Solution d'hydroxyde de sodium 4 n.

Solution concentrée d'iode:

dissoudre 130 g d'iode et 150 g d'iodure de potassium dans de l'eau et diluer jusqu'à un litre.

Solution d'iode 0,1 n.

Acide sulfurique 4 n.

Solution saturée de sulfite de sodium: préparer une solution saturée de Na₂SO₃·7H₂O dans de l'eau.Solution de sulfite de sodium 2%: dissoudre 2 g de Na₂SO₃·7H₂O dans 100 ml d'eau. La solution doit toujours être préparée extemporanément.

Solution de rouge de méthyle: 0,2% dans l'éthanol à 70 vol. %.

11.1. Déterminer la teneur en saccharose selon 7.

11.2. Déterminer comme suit la teneur en sucre interverti:

11.2.1. Pipeter a ml de la solution obtenue sous 8.2. (au maximum 50 ml. correspondant au minimum à 120 mg et au maximum à 480 mg de sucre interverti) dans un ballon jaugé de 100 ml, diluer avec de l'eau jusqu'à 50 ml. ajouter 2,5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 8 n et 16 ml de la solution concentrée d'iode ou davantage jusqu'à obtention d'une coloration brune persistante. Après 5 à 7 minutes, ajouter 3 ml d'acide sulfurique 4 n. Eliminer l'excès d'iode d'abord à l'aide de la solution saturée du sulfite de sodium jusqu'à affaiblissement de la coloration brune. Ajouter un peu d'empois d'amidon. La solution doit être colorée en bleu, sinon ajouter de la solution d'iode 0,1 n jusqu'à coloration bleue. Décolorer ensuite soigneusement la solution par le sulfite de sodium 2%. Neutraliser par la solution d'hydroxyde de sodium 4 n en présence de rouge de méthyle et compléter jusqu'à la marque.

11.2.2. Pipeter 25 ml de la solution obtenue sous 11.2.1. dans un matras conique de 300 ml et déterminer la teneur en fructose selon Luff-Schoorl suivant le processus décrit en 8.3., 8.4. et 8.5.

11.2.3. Calculer comme suit la teneur en sucre interverti:

La teneur non corrigée en fructose est:

$$F' = \frac{16 f}{a}$$

f = mg de fructose d'après la table de Luff-Schoorl (8.7)

a = nombre de ml de la solution de sucre employés sous 11.2.1.

La teneur corrigée en fructose est alors:

$$F = (F' - r) V$$

ou

$$F = (F' - 0,25) 0,95$$

r et V représentant les facteurs de correction selon 8.6.

La teneur en sucre interverti I de la denrée est

$$I = 2 F$$

N. B.

Si a ml de la solution obtenue sous 8.2. sont insuffisants pour le dosage, il faut, pour l'opération décrite sous 8.2., partir d'une plus grande quantité de la solution obtenue sous 7.1.

11.3. Déterminer le pouvoir réducteur total selon 8. et l'exprimer en glucose (R_1).

La teneur en glucose G de la denrée est:

$$G = R_1 - I.$$

12. Indice butyrique semi-micro

Réactifs

Solution aqueuse concentrée de KOH: 750 g KOH par litre de solution.

Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,5 n:

40 ml de solution aqueuse concentrée de KOH, ajouter 40 ml d'eau et compléter à un litre par de l'éthanol à 96% vol. Le tirage de 5 ml de cette solution nécessite de 25 à 27 ml de HCl 0.1. n.

Glycérine p.s. 1.23. (88% en poids)

Acide sulfurique, 25% en volume

Solution de sulfate de potassium: solution aqueuse saturée à 20° C (10% en poids).

Solution de savon de cocose:

Dans un ballon de 500 ml saponifier sur une flamme libre, 50 g de graisse de coco pure par 15 g d'hydroxyde de potassium en présence de 50 g de glycérine et de 20 ml d'eau. Laisser refroidir en-dessous de 100° C et diluer à l'eau jusqu'à 500 ml.

Terre d'infusoires

Solution éthanolique de phénolphtaléine à 1%.

Appareillage (voir figures)

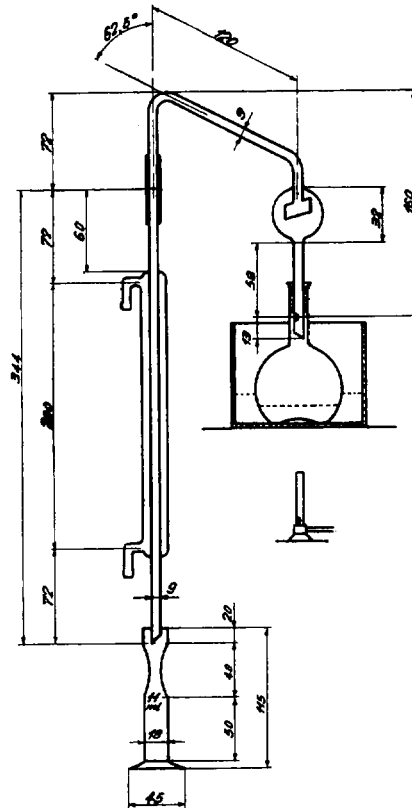


Fig. 1

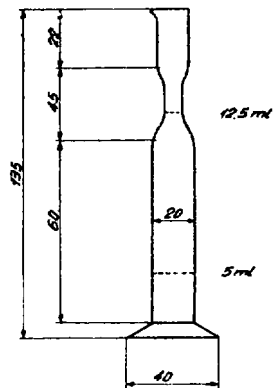


Fig. 2

12.1. Dans un ballon à fond plat de 50 ml, déposer successivement 500-520 mg de la graisse obtenue selon 3, quelques fragments de pierre ponce et 5 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,5 n. Surmonter le ballon d'un réfrigérant à eau, faire bouillir le liquide au bain-marie jusqu'à disparition de la graisse, puis prolonger l'ébullition pendant 5 min.

12.2. Ajouter ensuite 1 ml de glycérine et faire bouillir sans réfrigérant jusqu'à ce que la plus grande partie de l'éthanol soit évaporée, c'est-à-dire jusqu'à ce que le liquide commence à mousser fortement. Placer le ballon incliné durant 1 h dans une étuve à 100-105° C.

12.3. Aussitôt après avoir sorti le ballon de l'étuve, ajouter 15 ml de solution de sulfate de potassium, fermer le ballon avec un bouchon de liège et agiter fortement jusqu'à ce que le savon soit homogène.

Au besoin, remettre à l'étuve, pendant quelques instants, le ballon fermé. Laisser refroidir le liquide jusqu'à 20° C et placer le ballon pendant 10 min. dans un bain-marie à 20° C. Ajouter ensuite, en remuant, constamment, 0,5 ml d'acide sulfurique à 25%, 1 ml de solution de savon de cocose et 0,1 g de terre d'infusoires. Mélanger et laisser le ballon dans le bain-marie à 20° C pendant 5 min. environ. Secouer fortement, filtrer sur un filtre plissé sec de 10 cm de diamètre et recueillir le filtrat dans un tube de Beckel (voir dessin), jusqu'à obtention de 12,5 ml de filtrat. Si la quantité de filtrat est trop faible, presser le contenu du filtre avec une éprouvette.

12.4. Transvaser le filtrat dans un ballon à fond plat de 50 ml, rincer avec 5 ml d'eau, ajouter quelques fragments de pierre ponce. Effectuer la distillation au bain d'huile à 175° C, en utilisant l'appareil représenté par le dessin. (Le niveau d'huile dépassera de 1 cm celui du contenu du ballon). Recueillir 11 ml de distillat dans un tube de Beckel approprié. Transvaser le distillat dans un vase conique de 50 ml, ajouter une goutte de phénolphthaléine à 1% et titrer avec de la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 n jusqu'à coloration rouge permanente. A l'aide du liquide titré, rincer le tube de Beckel et titrer à nouveau jusqu'à coloration rouge permanente (chiffre de titrage total = a). Effectuer un essai à blanc sur 500 mg d'une graisse de cacao de référence (chiffre de titrage = b).

12.5. L'indice butyrique semi-micro (SMB) est:

$$\text{SMB} = \frac{100(a - b) \times 1,4 \times t \times 500}{G}$$

t = titre de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée

G = poids en mg de la prise d'essai

12.6. Le pourcentage de graisse de lait dans la denrée est:

SMB

— x le pourcentage de graisse totale dans la denrée.

20

13. Appréciation de la pureté du beurre de cacao par son point d'aniline

Définition: le point d'aniline est la température de démixtion d'une solution de graisse dans l'aniline, déterminée selon le mode opératoire décrit ci-dessous.

Réactifs

Aniline, fraîchement distillée.

Introduire 25 ml d'aniline, une pointe de spatule de poudre de zinc et un peu de pierre ponce dans un ballon à distiller de 100 ml. Relier le ballon à un réfrigérant à air (diamètre environ 1 cm., longueur environ 50 cm). Ecarter le premier distillat et recueillir ensuite l'aniline pure.

Sulfate de magnésium anhydre.

Ether de pétrole: point d'ébullition 40-60° C.

13.1. Introduire 70 g de la denrée finement moulue dans un flacon, ajouter environ 150 ml d'éther de pétrole, bien fermer et agiter pendant 15 min. à l'agitateur mécanique. Filtrer la solution. Evaporer l'éther de pétrole. Sécher la graisse obtenue en filtrant sur sulfate de magnésium dans une étuve à environ 60° C.

13.2. Peser exactement dans un tube à essai taré environ 1 g de la graisse, soit p grammes. Ajouter 4 p grammes d'aniline et fermer le tube à l'aide d'un bouchon traversé par un thermomètre et par un agitateur d'aluminium. Placer le tube dans un bécher contenant de l'eau chaude. Lorsque le mélange est devenu limpide, retirer le tube du bain et le placer dans un manchon à air entouré lui-même d'un bain dont la température est de 3° inférieure au point de démixtion à prévoir. Laisser refroidir lentement le mélange, tout en le remuant. Surveiller le moment où le mélange se trouble et noter la température.

13.3. Corriger la température, obtenue selon 13.2., à l'aide d'une valeur qui est fonction du degré d'acidité de la graisse.

Le point d'aniline AP, exprimé en ° C est:

$$AP = t + 0,18 Z$$

t = la température de démixtion notée

Z = le degré d'acidité obtenu selon 14

Le point d'aniline du beurre de cacao pur est 42° C - 44° C.

14. Degré d'acidité

Définition: le degré d'acidité est le nombre de ml d'alcali caustique 1 n, nécessaire pour neutraliser les acides libres de 100 g de graisse.

Réactifs:

Benzène

Ethanol 96% vol

Ether

Solution d'hydroxyde de sodium, 0,1 n

Phénolphtaléine, solution éthanolique à 1%.

14.1. Peser, dans un matras conique, 8 à 10 g de graisse obtenue en 13.1. Dissoudre la graisse dans 50 ml d'un mélange, à partie égales, d'éthanol et d'éther ou de benzène, neutralisé au préalable par de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n en présence de phénolphtaléine.

Titrer la solution obtenue, en l'agitant constamment, par la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n en présence de phénolphtaléine.

14.2. Calculer comme suit le degré d'acidité:

$$Z = \frac{10 \times v}{P}$$

v = ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n

p = poids de la graisse, en grammes

Calculer la valeur à une décimale près.

15. Indice de réfraction

15.1. Déterminer l'indice de réfraction n_D^{40} de la graisse obtenue sous 13.1., jusqu'à la 4^e décimale.

16. Filth-test

Réactifs:

Acide chlorhydrique, 4 n

Ethanol, 96% vol

Ether de pétrole, P.E. 40-60° C

Paraffine liquide

Appareillage:

Ampoule à décantation, terminée par un corps cylindrique (diamètre 1 cm, longueur 8 cm) au-dessus du robinet

Deux plaques de verre, dont une dotée d'un quadrillage à écartement de 2 mm. Les traits doivent être numérotés

Filtre au kieselguhr, Delta n° 325, ou équivalent, diamètre 4 cm

Filtre, SS n° 1575 ou équivalent, diamètre 5 cm

Bande adhésive transparente

16.1. Déposer 50 g de l'échantillon préparé selon 1. dans un vase conique de 1 litre. Ajouter 350 ml d'eau et 50 ml d'acide chlorhydrique. Porter le mélange à l'ébullition, tout en le remuant, et maintenir l'ébullition pendant 1 heure. Veiller à ce qu'aucun composant solide n'adhère à la paroi du vase, au-dessus du liquide. Laisser refroidir quelque peu.

16.2. Ajouter 20 ml de paraffine, remuer énergiquement et ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer le vase pendant 15 min.

16.3. Remplir d'eau le corps cylindrique de l'ampoule de décantation, transvaser la paraffine et une partie du liquide aqueux dans l'ampoule à décantation. Compléter le volume du vase avec de l'eau et transvaser à nouveau dans l'ampoule à décantation. Répéter cette opération jusqu'à ce que toute la paraffine soit passée dans l'ampoule à décantation. Laisser reposer pendant 15 minutes.

16.4. Introduire à nouveau 5 ml de paraffine dans le vase et agiter convenablement tout le contenu. Ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer pendant 15 min.

16.5. Laisser s'écouler l'eau de l'ampoule à décantation tout en veillant à ce que la partie cylindrique reste remplie d'eau. Transvaser ensuite, dans l'ampoule à décantation, la couche de paraffine du vase et une partie de la solution aqueuse.

16.6. Répéter deux fois les opérations 16.4. et 16.5.

16.7. Laisser à nouveau s'écouler la majeure partie de l'eau de l'ampoule à décantation, ajouter 300 ml d'eau. Agiter, puis, après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer la plus grande partie de l'eau. Répéter cette opération jusqu'à ce que l'eau évacuée soit limpide.

16.8. Ajouter 100 ml d'éther de pétrole et 200 ml d'eau. Agiter et après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer l'eau jusqu'à ce qu'il n'en reste plus que quelques ml.

16.9. Sur un filtre Buchner de 4 cm de diamètre, placer un filtre au kieselguhr surmonté du filtre SS n° 1575. Faire adhérer ce dernier au pourtour de la paroi du Buchner.

16.10. Verser, par fractions le liquide de l'ampoule à décantation sur le filtre et aspirer, en couvrant le Buchner d'un verre de montre. Rincer complètement l'ampoule à décantation à l'eau et verser l'eau de rinçage sur le filtre.

Rincer à quatre reprises avec 20 ml d'éthanol.

16.11. Déposer le filtre dans une boîte de Petri et le sécher à 60° C. Imprégner le filtre par quelques gouttes de paraffine réparties sur la surface.

16.12. Placer le filtre entre les deux plaques de verre, de telle sorte que les traits de la plaque quadrillée soient directement en contact avec le filtre. Fixer les deux plaques de verre à l'aide de bandes adhésives transparentes.

16.13. Compter sous faible grossissement les insectes, les acariens, leurs fragments ainsi que les poils de rongeurs, présents sur toute la surface du filtre.

16.14. Exprimer le résultat pour 100 g de matière.

Règlement grand-ducal du 19 février 1970 modifiant l'arrêté grand-ducal du 21 août 1866 portant règlement de procédure en matière de contentieux devant le Conseil d'Etat, tel qu'il a été modifié dans la suite.

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau, etc., etc., etc.;

Vu les articles 23 et 35 de la loi du 8 février 1961 portant organisation du Conseil d'Etat;

Notre Conseil d'Etat entendu;

Sur le rapport de Notre Ministre d'Etat, Président du Gouvernement, et de Notre Ministre de la Justice, et après délibération du Gouvernement en conseil;

Arrêtons:

Art. 1^{er}. L'alinéa 1^{er} de l'article 1^{er} de l'arrêté royal grand-ducal du 21 août 1866 portant règlement de procédure en matière de contentieux devant le Conseil d'Etat est remplacé comme suit:

Art. 1^{er}. Le recours des parties au comité du contentieux du Conseil d'Etat en matière contentieuse sera formé par requête signée d'un avocat inscrit à l'un des tableaux dressés annuellement par les conseils de discipline ou par les tribunaux d'arrondissement.

Art. 2. L'alinéa 1^{er} de l'article 11 de l'arrêté cité à l'article qui précède est remplacé comme suit:

Art. 11. Sauf dans les cas où les lois ou les règlements fixent un délai plus long ou plus court, le recours au comité du contentieux contre la décision d'une autorité qui y ressortit, ne sera plus recevable après trois mois du jour où cette décision aura été notifiée.

Art. 3. Entre les articles 13 et 14 de l'arrêté précité, il est intercalé un article 13bis qui aura la teneur suivante:

Art. 13bis. Les jours fériés sont comptés dans les délais. Toutefois, lorsque le dernier jour d'un délai est un samedi, un dimanche, un jour férié légal ou un jour férié de rechange, ce délai est prorogé jusqu'au prochain jour ouvrable.

Sont considérés comme jours fériés légaux au sens de l'alinéa qui précède: le jour de l'An, le lundi de Pâques, le premier mai, l'Ascension, le lundi de Pentecôte, le jour de la célébration de l'anniversaire du Grand-Duc, l'Assomption, la Toussaint, le jour de Noël, le lendemain de Noël.

Art. 4. Notre Ministre d'Etat, Président du Gouvernement, et Notre Ministre de la Justice sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera publié au Mémorial.

Château de Berg, le 19 février 1970
Jean

Le Ministre d'Etat,

Président du Gouvernement,

Pierre Werner

Le Ministre de la Justice,

Eugène Schaus

Loi du 20 février 1970 autorisant la passation d'un bail emphytéotique pour une parcelle domaniale sise à Born.

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau, etc., etc., etc.;

Notre Conseil d'Etat entendu;

De l'assentiment de la Chambre des Députés;

Vu la décision de la Chambre des Députés du 13 janvier 1970 et celle du Conseil d'Etat du 29 janvier 1970 portant qu'il n'y a pas lieu à second vote;

Avons ordonné et ordonnons:

Article unique. Est autorisée la passation d'un bail emphytéotique portant sur la parcelle domaniale sise commune de Mompach, section F de Born, lieu-dit « Born » N° 1618²/2249 d'une contenance de quatre ares dix centiares.

Mandons et ordonnons que la présente loi soit insérée au Mémorial pour être exécutée et observée par tous ceux que la chose concerne.

Château de Berg, le 20 février 1970
Jean

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Doc. parl. N° 1359, sess. extraord. 1969

Loi du 20 février 1970 autorisant l'aliénation par voie d'échange d'une parcelle domaniale sise commune de Rodenbourg.

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau, etc., etc., etc.;

Notre Conseil d'Etat entendu;

De l'assentiment de la Chambre des Députés;

Vu la décision de la Chambre des Députés du 13 janvier 1970 et celle du Conseil d'Etat du 29 janvier 1970 portant qu'il n'y a pas lieu à second vote;

Avons ordonné et ordonnons:

Article unique. Est autorisée l'aliénation par voie d'échange avec soulte d'une parcelle domaniale inscrite au cadastre de la commune de Rodenbourg, section B de Gonderange lieu-dit « im kleinen Faascht » N° 1151/2470 avec une contenance de 27,20 ares.

Mandons et ordonnons que la présente loi soit insérée au Mémorial pour être exécutée et observée par tous ceux que la chose concerne.

Château de Berg, le 20 février 1970
Jean

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Doc. parl. N° 1383, sess. ord. 1969/1970

Règlement grand-ducal du 20 février 1970 portant exécution de l'art. 112 alinéa 2 de la loi concernant l'impôt sur le revenu (déductibilité des dons en espèces).

Nous JEAN, par la grâce de Dieu, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau, etc., etc., etc.;

Vu les articles 109 al. 1^{er} N° 3, 112 al. final, 117, 145 et 153 de la loi du 4 décembre 1967 concernant l'impôt sur le revenu;

Vu l'article 27 de la loi du 8 février 1961 portant organisation du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;

Sur le rapport de notre Ministre des Finances et après délibération du Gouvernement en Conseil;

Arrêtons:

Art. 1^{er}. Les dons en espèces au sens du N° 1 de l'article 112 al. 1^{er} de la loi concernant l'impôt sur le revenu ne sont déductibles comme dépenses spéciales que si leur somme atteint ou dépasse cinq mille francs pour l'année d'imposition.

Art. 2. (1) En ce qui concerne la retenue d'impôt sur les salaires et sur les pensions, les dons en espèces sont pris en considération lors du décompte annuel prévu par l'article 145 de la loi concernant l'impôt sur le revenu.

(2) Pour les contribuables imposables par voie d'assiette la prise en considération a lieu lors de l'imposition par voie d'assiette.

Art. 3. Le présent règlement est applicable à partir de l'année d'imposition 1970.

Art. 4. Notre Ministre des Finances est chargé de l'exécution du présent règlement qui sera publié au Mémorial.

Château de Berg, le 20 février 1970

Jean

Le Ministre des Finances,
Pierre Werner

Règlementation des Tarifs Ferroviaires Nationaux et Internationaux.

Les tarifs ferroviaires nationaux et internationaux ci-après sont mis en vigueur sur le réseau des chemins de fer luxembourgeois par application de l'art. 27 du Cahier des charges de la Société Nationale des CFL, approuvé par la loi du 16 juin 1947, concernant l'approbation de la convention belgo-franco-luxembourgeoise du 17 avril 1946 relative à l'exploitation des chemins de fer luxembourgeois et des conventions annexes.

1^{er} supplément au tarif commun international pour le transport des colis express (TCEX — fascicule II) — 1.1.1970.

Nouvelle édition du fascicule V concernant le tarif intérieur pour le transport des marchandises. — 1.1.1970.

7^e supplément au Tarif Général Européen de Détail (T.G.E.D.) chapitre échange Belgique—Luxembourg. — 1.1.1970.

Nouvelle édition du fascicule IV concernant le tarif intérieur pour le transport des voyageurs (tableaux des prix). — 1.1.1970.

Rectificatif N° 2 au fascicule 1 concernant le tarif intérieur pour le transport des voyageurs (Conditions Générales). — 1.1.1970.

Rectificatif N° 2 au fascicule 2 de la 3^e partie du TCV (trafic voyageurs Luxembourg—Allemagne DB). — 1.1.1970.

Nouvelle édition de la 2^e partie du TCV pour le transport des voyageurs (tableau des relations, des distances et des prix). — 1.1.1970.

Rectificatif N° 16 au fascicule II du tarif intérieur pour le transport des marchandises. — 1.1.1970.

Rectificatif N° 3 au tarif international CECA N° 1001. — 1.1.1970.

Rectificatif N° 4 au tarif international CECA N° 1001. — 20.1.1970.

Règlements communaux.

(Les mentions ci-après sont faites en vertu de l'article 4 de l'arrêté royal grand-ducal du 22 octobre 1842 réglant le mode de publication des lois)

Dippach. — Règlement-taxe sur les chiens.

En séance du 19 novembre 1969 le conseil communal de Dippach a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé la taxe sur les chiens à percevoir à partir de l'année 1970.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 28 janvier 1970.

Hesperange. — Règlement-taxé sur la conduite d'eau.

En séance du 28 février 1969 le conseil communal de Hesperange a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé les taxes forfaitaires à percevoir du chef du raccordement aux conduites d'eau.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 26 janvier 1970.

Hesperange. — Règlement-taxé sur le raccordement au réseau principal de l'antenne collective de télévision et de radio.

En séance du 28 février 1969 le conseil communal de Hesperange a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé la taxe forfaitaire à percevoir du chef du raccordement au réseau principal de l'antenne collective de télévision et de radio.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 26 janvier 1970.

Hesperange. — Règlement-taxé sur la canalisation.

En séance du 30 décembre 1966 le conseil communal de Hesperange a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé les taxes annuelles de canalisation à percevoir à partir du 1^{er} janvier 1967.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 28 janvier 1970.

Hesperange. — Introduction et fixation d'une taxe d'eau à percevoir lors de la construction d'une nouvelle bâtisse.

En séance du 30 décembre 1966 le conseil communal de Hesperange a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a introduit une taxe d'eau forfaitaire à percevoir sur le propriétaire du chef de la construction d'une nouvelle bâtisse et en a fixé les montants respectifs.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par décision ministérielle du 20 janvier 1970.

Fouhren. — Nouvelle fixation de la taxe d'eau pour la localité de Walsdorf.

En séance du 13 novembre 1969 le conseil communal de Fouhren a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a nouvellement fixé — avec effet au 1^{er} juillet 1969 — la taxe d'eau à percevoir dans la localité de Walsdorf.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par décision ministérielle du 26 janvier 1970.

Kopstal. — Règlement-taxé sur la canalisation.

En séance du 20 juin 1969 le conseil communal de Kopstal a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé une taxe de participation aux frais de construction de la canalisation dans toutes les rues dans lesquelles la commune a fait construire la canalisation à ses frais.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 19 janvier 1970.

Luxembourg. — Fixation des droits d'inscription aux cours du soir pour adultes.

En séance du 15 décembre 1969 le conseil communal de Luxembourg a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé les droits d'inscription aux cours du soir pour adultes.

Ladite délibération a été approuvée par décision ministérielle du 12 janvier 1970 et publiée en due forme.

Tuntange. — Règlement-taxé sur la canalisation.

En séance du 23 mai 1969 le conseil communal de Tuntange a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé la taxe de raccordement à la canalisation à percevoir dans la rue Hollenfels-Tuntange, entre l'école et la maison Bisenius à Hollenfels.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 19 janvier 1970.

Weiler-la-Tour. — Règlement-taxé sur les concessions aux cimetières.

En séance du 23 octobre 1969 le conseil communal de Weiler-la-Tour a pris une délibération aux termes de laquelle ledit corps a fixé les taxes à percevoir du chef de l'octroi des concessions aux cimetières de Weiler-la-Tour, Hassel et Syren.

Ladite délibération a été publiée en due forme et approuvée par arrêté grand-ducal du 19 janvier 1970.

Règlements communaux. — Impôt foncier.

Les taux d'imposition fixés pour l'année 1970 par les conseils communaux en matière d'impôt foncier suivant le tableau ci-après ont été approuvés par arrêté grand-ducal en date du 28 janvier 1970:

| Communes | Date de la délibération | Taux d'imposition | |
|----------------|-------------------------|-------------------|------|
| | | A | B |
| Bastendorf | 29.10.1969 | 210% | 210% |
| Beaufort | 17.11.1969 | 235% | 235% |
| Bech | 19.11.1969 | 200% | 200% |
| Bettendorf | 23.10.1969 | 200% | 200% |
| Clervaux | 4.11.1969 | 280% | 280% |
| Consdorf | 27.10.1969 | 240% | 240% |
| Consthum | 12.11.1969 | 400% | 400% |
| Esch-sur-Sûre | 7.11.1969 | 250% | 250% |
| Eschweiler | 25.10.1969 | 400% | 400% |
| Fouhren | 13.11.1969 | 230% | 230% |
| Kautenbach | 13.11.1969 | 340% | 340% |
| Mecher | 25.10.1969 | 350% | 350% |
| Mertzig | 6.11.1969 | 300% | 300% |
| Mompach | 13. 9.1969 | 240% | 240% |
| Neunhausen | 26.10.1969 | 400% | 400% |
| Remich | 4.11.1969 | 180% | 180% |
| Rodenbourg | 18.12.1969 | 190% | 190% |
| Rospport | 30.10.1969 | 270% | 270% |
| Troisvierges | 31.10.1969 | 340% | 340% |
| Weiler-la-Tour | 23.10.1969 | 230% | 230% |
| Wilwerwiltz | 31.10.1969 | 350% | 350% |
| Wormeldange | 27.10.1969 | 265% | 265% |

| Communes | Date de la délibération | Taux d'imposition | | | |
|-------------|-------------------------|-------------------|-------------------|----------------|----------------|
| | | A | B ₁ | B ₂ | |
| Berg | 17.12.1969 | 75% | 250% | 75% | |
| | | A | Taux d'imposition | | B ₄ |
| | | | B ₁ | B ₃ | |
| Beckerich | 21.10.1969 | 250% | 335% | 250% | 120% |
| Berdorf | 30. 9.1969 | 200% | 280% | 200% | 100% |
| Bettembourg | 17.12.1969 | 135% | 220% | 135% | 80% |
| Betzdorf | 28.10.1969 | 275% | 380% | 275% | 120% |
| Biwer | 10.11.1969 | 210% | 315% | 210% | 105% |
| Burmerange | 12.11.1969 | 190% | 260% | 190% | 95% |
| Clemency | 14.11.1969 | 220% | 330% | 220% | 120% |
| Dalheim | 30. 8.1969 | 160% | 235% | 160% | 85% |
| Dippach | 19.11.1969 | 220% | 350% | 220% | 110% |
| Echternach | 7.11.1969 | 170% | 230% | 170% | 80% |

| | | | | | |
|--------------------|------------|------|------|------|------|
| Esch-sur-Alzette | 1.12.1969 | 200% | 320% | 200% | 100% |
| Ettelbruck | 1.12.1969 | 200% | 275% | 200% | 90% |
| Flaxweiler | 4.11.1969 | 250% | 375% | 250% | 125% |
| Heffingen | 18.11.1969 | 250% | 335% | 250% | 120% |
| Hesperange | 11.12.1969 | 210% | 300% | 210% | 90% |
| Hobscheid | 11.12.1969 | 265% | 390% | 265% | 135% |
| Junglinster | 3.12.1969 | 210% | 300% | 210% | 110% |
| Kopstal | 23.12.1969 | 295% | 400% | 295% | 145% |
| Larochette | 5.12.1969 | 185% | 255% | 185% | 90% |
| Lenningen | 18.11.1969 | 200% | 300% | 200% | 100% |
| Leudelange | 28.11.1969 | 200% | 300% | 200% | 100% |
| Lintgen | 21.11.1969 | 235% | 330% | 235% | 100% |
| Lorentzweiler | 30.10.1969 | 295% | 400% | 295% | 145% |
| Luxembourg | 27.10.1969 | 200% | 300% | 200% | 100% |
| Manternach | 3. 9.1969 | 200% | 300% | 200% | 100% |
| Medernach | 14.11.1969 | 220% | 295% | 220% | 105% |
| Mersch | 10. 1.1970 | 230% | 310% | 230% | 110% |
| Rédange-sur-Attert | 8.11.1969 | 250% | 335% | 250% | 120% |
| Reisdorf | 6.11.1969 | 290% | 400% | 290% | 130% |
| Remerschen | 28.10.1969 | 265% | 360% | 265% | 130% |
| Roeser | 13.11.1969 | 220% | 295% | 220% | 105% |
| Rumelange | 28.11.1969 | 150% | 250% | 150% | 80% |
| Saeul | 30.10.1969 | 250% | 335% | 250% | 120% |
| Sanem | 11.12.1969 | 180% | 300% | 180% | 90% |
| Schieren | 27.10.1969 | 230% | 370% | 230% | 135% |
| Stadbredimus | 9.12.1969 | 200% | 275% | 200% | 100% |
| Steinfort | 5. 1.1970 | 250% | 350% | 250% | 105% |
| Steinsel | 6.11.1969 | 235% | 330% | 235% | 120% |
| Tuntange | 18.11.1969 | 295% | 410% | 295% | 150% |
| Vianden | 5.11.1969 | 160% | 235% | 160% | 85% |

| Communes | Date de la délibération | Taux d'imposition | | | | Taux d'abattement |
|-------------|-------------------------|-------------------|----------------|----------------|-------------------|-------------------|
| | | A | B ₁ | B ₃ | B ₄ | |
| Bascharage | 5.11.1969 | 200% | 300% | 200% | 100% | 25% |
| Dudelange | 1.12.1969 | 200% | 320% | 200% | 100% | 30% |
| Sandweiler | 9.12.1969 | 180% | 300% | 180% | 100% | 25% |
| Schifflange | 28.11.1969 | 180% | 300% | 180% | 100% | 30% |
| | | Taux d'imposition | | | Taux d'abattement | |
| | | A | B ₁ | B ₂ | | |
| Pétange | 28.11.1969 | 100% | 320% | 100% | 25% | |